

**KOMPLEKS NIKEL(II)-5-ETHYL-5-PHENYL PIRIMIDINE-
2,4,6(1H,3H,5H)-TRIONE: SINTESIS, KARAKTERISASI, DAN
UJI AKTIVITAS ANTIBAKTERI**



Disusun Oleh :

ARIFFINISA LINTANG WIDYANINGTYAS

M0312012

SKRIPSI

**Diajukan untuk memenuhi sebagian persyaratan mendapatkan gelar
Sarjana Sains dalam bidang ilmu kimia**

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN

ALAM

UNIVERSITAS SEBELAS MARET

SURAKARTA

Agustus, 2016

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi
**KOMPLEKS NIKEL(II)-5-ETHYL-5-PHENYL PIRIMIDINE-
2,4,6(1H,3H,5H)-TRIONE: SINTESIS, KARAKTERISASI, DAN
UJI AKTIVITAS ANTIBAKTERI**

ARIFFINISA LINTANG WIDYANINGTYAS
M0312012

Skripsi ini dibimbing oleh:
Pembimbing



Prof. Drs. Sentot Budi Rahardjo, Ph.D
NIP. 19560507 198601 1001

Dipertahankan di depan TIM Penguji Skripsi pada:

Hari : Kamis
Tanggal : 11 Agustus 2016

Anggota TIM Penguji :

1. Dr. rer. nat. Witri Wahyu Lestari M.Sc

NIP. 19801222 200312 2003

2. Candra Purnawan, M.Si

NIP. 19781228 200501 1001



Disahkan oleh

Kepala Program Studi Kimia

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Sebelas Maret Surakarta



Dr. Triana Kusumaningsih, M.Si.

NIP. 19730124 199903 2001

PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa skripsi saya yang berjudul “KOMPLEKS NIKEL(II) -5-ETHYL-5-PHENYL PIRIMIDINE-2,4,6(1H,3H,5H)-TRIONE: SINTESIS, KARAKTERISASI, DAN UJI AKTIVITAS ANTIBAKTERI” belum pernah diajukan untuk memperoleh gelar kesarjanaan di suatu perguruan tinggi, dan sepanjang pengetahuan saya juga belum pernah ditulis atau dipublikasikan oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Surakarta, Agustus 2016

ARIFFINISA LINTANG W.

KATA PENGANTAR

Puji syukur kepada Allah SWT atas segala limpahan nikmat dan karuniaNya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi ini. Sholawat dan salam senantiasa penulis haturkan kepada Rosulullah Muhammad SAW sebagai pembimbing seluruh umat manusia.

Penulisan skripsi ini tidak akan selesai tanpa adanya bantuan dari banyak pihak, karena itu penulis menyampaikan terima kasih kepada :

1. Dr. Triana Kusumaningsih, M.Si selaku Ketua Program Studi Kimia FMIPA UNS.
2. Prof. Drs. Sentot Budi Rahardjo, Ph.D selaku pembimbing skripsi yang telah memberikan banyak bimbingan dan arahan dalam penyelesaian skripsi.
3. Dra. Tri Martini, M.Si selaku pembimbing akademik.
4. Seluruh Dosen Kimia FMIPA UNS yang telah memberikan banyak ilmu.
5. Ayah, Ibu, kakak, keponakan, dan seluruh keluarga atas motivasinya.
6. *Complexes Research Group* atas bantuan dan semangatnya.
7. Keluarga Kos Gubug Ayu yang selalu memberi tempat untuk berteduh.
8. Teman-teman seperjuangan Kimia 2012, kakak-kakak tingkat, dan adik-adik tingkat Kimia FMIPA UNS atas semangat dan dukungannya.
9. Semua pihak yang tidak bisa penulis tuliskan satu persatu.

Penulis menyadari bahwa banyak kekurangan dalam penulisan skripsi ini. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran untuk menyempurnakannya. Namun demikian, penulis berharap semoga karya kecil ini bermanfaat bagi pembaca.

Surakarta, Agustus 2016

Ariffinisa Lintang W.

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN.....	ii
PERNYATAAN.....	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT.....	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI.....	vii
DAFTAR TABEL.....	xi
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xv
DAFTAR SINGKATAN LIGAN	xvi
BAB I PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang Masalah	1
B. Perumusan Masalah	3
1. Identifikasi Masalah	3
2. Batasan Masalah	4
3. Rumusan Masalah	4
C. Tujuan Penelitian	4
D. Manfaat Penelitian	5
BAB II LANDASAN TEORI	6
A. Tinjauan Pustaka	6
1. Sintesis Senyawa Kompleks	6
2. Teori Pembentukan Kompleks	7
a. Teori Ikatan Valensi (<i>Valance Bond Theory</i> , VBT) ..	7
b. Teori Medan Kristal	12
1) Medan Oktahedral dan <i>Square Planar</i>	12
2) Medan Tetrahedral	14
c. Teori Orbital Molekul	16

3. Kompleks Ni(II)	19
4. Metode Karakterisasi Senyawa Kompleks	23
a. Spektroskopi Serapan Atom (SSA)	23
b. Analisis Termal	23
c. Daya Hantar Listrik	24
d. Spektroskopi Infra Merah	25
e. Sifat Kemagnetan	26
5. Fenobarbital	28
6. Antibakteri	29
7. Pengujian Antibakteri	32
a. Metode Difusi	32
1) Kirby-Bauer	32
2) Cara Sumuran (<i>Well Method</i>)	33
b. Metode Dilusi	33
B. Kerangka Pemikiran	33
C. Hipotesis	35
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	36
A. Metode Penelitian	36
B. Tempat dan Waktu Penelitian	37
C. Alat dan Bahan	37
1. Alat	37
2. Bahan	38
D. Prosedur Penelitian	39
1. Sintesis Kompleks Ni(II)-Fenobarbital	39
2. Pengukuran Kadar Ni dalam Kompleks	39
3. Analisis TG/DTA	39
4. Pengukuran Spektra Elektronik	40
5. Pengukuran Momen Magnet	40
6. Pengukuran Daya Hantar Listrik	40
7. Pengukuran Spektra Infra Merah	40

8. Uji Aktivitas Antibakteri	41
a. Sterilisasi Alat	41
b. Penyiapan Media	41
c. Pembuatan Biakan Bakteri	41
d. Pembuatan Suspensi Bakteri	41
e. Uji Daya Hambat Antibakteri	42
E. Teknik Pengumpulan dan Analisis Data	42
1. Teknik Pengumpulan Data	42
2. Analisis Data	43
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	45
A. Sintesis Kompleks Ni(II)-fenobarbital	45
B. Penentuan Formula Kompleks	46
1. Penentuan Kadar Ni dalam Kompleks	46
2. Analisis Termal dengan TG/DTA	48
3. Spektra Elektronik	49
4. Sifat Kemagnetan	50
5. Pengukuran Daya Hantar Listrik	51
6. Spektra Infra Merah	52
C. Perkiraan Struktur Senyawa Kompleks	54
D. Pengujian Aktivitas Antibakteri	55
BAB V PENUTUP	60
A. Kesimpulan	60
B. Saran	60
DAFTAR PUSTAKA	61
LAMPIRAN	71

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 1. Contoh Kadar Nikel dalam Kompleks Ni(II) dengan Pengukuran SSA	23
Tabel 2. Analisis TG/DTA Beberapa Kompleks Ni(II)	24
Tabel 3. Konduktivitas Molar Beberapa Kompleks Ni(II)	25
Tabel 4. Kompleks Ni(II) dan Serapan IR Gugus Fungsi yang Terkoordinasi	26
Tabel 5. Faktor Koreksi Diamagnetik untuk Beberapa Kation, Anion, Atom Netral, dan Molekul (10^{-6} cgs)	27
Tabel 6. Beberapa Kompleks Ni(II) dengan Harga Momen Magnet.....	28
Tabel 7. Kadar Ni dalam Kompleks Ni(II)-fenobarbital Secara Perhitungan..	47
Tabel 8. Perbandingan Mol Logam dan Ligan saat Sintesis dan dalam Kompleks.....	48
Tabel 9. Panjang Gelombang Maksimum (λ_{maks}), Absorbansi (A), Bilangan Gelombang (ν), dan Absorbtivitas Molar (ϵ)	50
Tabel 10. Harga μ_{eff} dan Geometri Beberapa Kompleks	51
Tabel 11. Hasil Pengukuran Daya Hantar Listrik Larutan Standar dan Kompleks Ni(II)-Fenobarbital dalam Metanol ($\pm 1.10^{-3}$ M).....	51
Tabel 12. Serapan Gugus Fungsi Kompleks Ni(II)-fenobarbital dan Ligan Fenobarbital	53
Tabel 13. Rata-rata Diameter Daya Hambat Ligan Fenobarbital, Logam NiCl ₂ ·6H ₂ O, dan Kompleks [Ni(fenobarbital) ₃]Cl ₂ ·5H ₂ O terhadap <i>S.aureus</i> dan <i>E.coli</i>	56
Tabel 14. Diameter Daya Hambat Bakteri Beberapa Kompleks Ni(II)	58
Tabel 15. Data dan Hasil Perhitungan Kadar Besi dengan SSA dalam Kompleks Ni(II)-fenobarbital	77
Tabel 16. Perhitungan Kadar Ni untuk Berbagai Formula Kompleks	78

Tabel 17. Kondisi Pengukuran Kompleks dengan TG/DTA	82
Tabel 18. Perhitungan Pelepasan Molekul dalam Kompleks $[\text{Ni}(\text{fenobarbital})_3]\text{Cl}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (n = 4 atau 5) dan $\text{Ni}(\text{fenobarbital})_3\text{Cl}_2 \cdot 3\text{CH}_3\text{OH}$ (n= 5)	82
Tabel 19. Data Pengukuran Moment Magnet Efektif (μ_{eff}) Kompleks $[\text{Ni}(\text{fenobarbital})_3]\text{Cl}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	86
Tabel 20. Nilai Koreksi Diamagnetik untuk Beberapa Unsur Molekul.....	87
Tabel 21. Harga μ_{eff} pada Beberapa Harga X_g Kompleks $[\text{Ni}(\text{fenobarbital})_3]\text{Cl}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	88
Tabel 22 . Daya Hantar Larutan Standar dan Sampel Kompleks $\text{Ni}(\text{II})$ -fenobarbital dengan Pelarut Metanol ($\pm 1.10^{-3}$ M)	89
Tabel 23. Uji Aktivitas Antibakteri Ekstrak (%m/v) terhadap <i>S.aureus</i>	91
Tabel 24. Uji aktivitas antibakteri Ekstrak (%m/v) terhadap <i>E.coli</i>	92

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1. Struktur Fenobarbital.....	2
Gambar 2. Struktur Kompleks $[\text{Ni}(\text{L}^9)(\text{H}_2\text{O})_4]$	8
Gambar 3. Hibridisasi Orbital pada Kompleks $[\text{Ni}(\text{L}^9)(\text{H}_2\text{O})_4]$ Bergeometri Oktahedral	9
Gambar 4. Struktur Kompleks $[\text{NiL}^{10}]$	9
Gambar 5. Hibridisasi Orbital pada Kompleks $[\text{NiL}^{10}]$ Bergeometri <i>Square Planar</i>	10
Gambar 6. Struktur Kompleks $[\text{N-methylpiridinium}]_2[\text{Ni}(\text{L}^{11})_2]_2$	10
Gambar 7. Hibridisasi Orbital $[\text{N-methylpiridinium}]_2[\text{Ni}(\text{L}^{11})_2]_2$ Bergeometri <i>Trigonal Bipyramidal</i>	11
Gambar 8. Struktur Kompleks $[\text{Ni}(\text{L}^{12})_2]$	11
Gambar 9. Hibridisasi Orbital pada $[\text{Ni}(\text{L}^{12})_2]$ Bergeometri Tetrahedral	12
Gambar 10. Ilustrasi Koordinasi Oktahedral	13
Gambar 11. Pembelahan Medan Ligan dalam Medan Oktahedral	14
Gambar 12. Ilustrasi Koordinasi <i>Square Planar</i>	14
Gambar 13. Ilustrasi Koordinasi Tetrahedral.....	15
Gambar 14. Diagram Tingkat Energi Orbital <i>d</i> pada Medan Tetrahedral	15
Gambar 15. Diagram Orbital Molekul Kompleks Oktahedral.....	17
Gambar 16. Diagram Tingkat Energi Kompleks Tetrahedral.....	18
Gambar 17. Diagram Tingkat Energi Kompleks <i>Square Planar</i>	19
Gambar 18. Kompleks $[\text{NiL}^{13}]$ Bergeometri Oktahedral	20
Gambar 19. Kompleks $[\text{Ni}(\text{L}^{14})\text{Cl}]$ Bergeometri <i>Square Planar</i>	21
Gambar 20. Kompleks $[\text{Ni}(\text{L}^{15})(\text{PPh}_3)]$ Bergeometri <i>Square Planar</i>	21
Gambar 21. Kompleks $[\text{Ni}(\text{L}^{16})](\text{NO}_3)_2$ Bergeometri Tetrahedral	22
Gambar 22. Kompleks $[\text{NiL}^{17}]$ Bergeometri Tetrahedral.....	22

Gambar 23. Perbandingan Struktur Dinding Sel Bakteri Gram Positif dan Gram Negatif	30
Gambar 24. Spektra Elektronik Larutan $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan Ni-fenobarbital	46
Gambar 25. Hasil Analisis TG/DTA Kompleks Ni(II)-fenobarbital	48
Gambar 26. Spektra IR Fenobarbital dan Kompleks [Ni(fenobarbital) ₃] $\text{Cl}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	52
Gambar 27. Perkiraan Struktur [Ni(fenobarbital) ₃] $\text{Cl}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	54
Gambar 28. Uji Aktivitas Antibakteri 24 jam (a), 48 jam (b), 72 jam (c) pada Fenobarbital, $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan [Ni(Fenobarbital) ₃] $\text{Cl}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	57
Gambar 29. Kurva Larutan Standar Ni(II) pada konsentrasi 0-10 ppm.....	77
Gambar 30. Aktivitas Ni(II), Fenobarbital dan Ni(II)-fenobarbital sebagai Antibakteri <i>S. aureus</i> dengan Metode Kirby Bauer.....	90
Gambar 31. Aktivitas Ni(II), Fenobarbital dan Ni(II)-fenobarbital sebagai Antibakteri <i>E. coli</i> dengan Metode Kirby Bauer	90

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1. Diagram Alir Percobaan	71
Lampiran 2. Perhitungan Rendemen Kompleks Ni(II)-fenobarbital	75
Lampiran 3. Pengukuran Kadar Ni dalam Senyawa Kompleks Menggunakan SSA	76
Lampiran 4. Pengukuran Kompleks dengan TG/DTA	82
Lampiran 5. Perhitungan Nilai Absorptivitas Molar	84
Lampiran 6. Penentuan Momen Magnet Efektif (μ_{eff})	86
Lampiran 7. Pengukuran Daya Hantar Listrik Larutan Kompleks	89
Lampiran 8. Aktivitas Logam Ni(II), Ligan Fenobarbital dan Kompleks sebagai Antibakteri.....	90
Lampiran 9. Uji DMRT (<i>Duncans Multiple Range Test</i>)	91

DAFTAR SINGKATAN LIGAN

- $L = N^1-(2\text{-aminobenzyl})-N^2, N^2\text{-bis}(2-((2\text{-aminobenzyl})\text{amino})\text{ethyl})\text{ethane-1,2-diamine}$
- $L^1 = \text{Pyr}_2\text{tetam} = (\text{pyridoxyl})_2 - N^1, N^4\text{-tryethilenetetramine}$
- $L^2 = N,N\text{-(salicyaldene)-1,3 diaminopropan-2-ol}$
- $L^3 = N_2O_2 = [N,N'\text{-bis}(2\text{-hydroxy-6-methoxybenzylidene})\text{propane-1,3-diamine}] \text{ dan } [N,N'\text{-bis}(2\text{-hydroxy-6-methoxybenzylidene})\text{propane-1,2-diamine}]$
- $L^6 = N1,N4\text{-bis}(\text{pyridin-2-yl-methylene})\text{butane-1,4-diamine}$
- $L^7 = 2\text{-hydroxy benzaldehyde}$
- $L^8 = 3,14\text{-diethyl-2,6,13,17-tetraazatricyclo}^{(14,4,01.18,07.12)}\text{docosane}$
- $L^9 = \text{Hd}_3\text{cppa} = 5\text{-}3',5'\text{-dicarboxylphenyl picolinic acid}$
- $L^{10} = N1\text{-(2-aminobenzylidene)-}N2\text{-(2-((2-aminobenzylidene)amino)ethyl)-}N2\text{-(2-(2-aminobenzylidene)amino)ethyl)ethane-1,2-diamine}$
- $L^{11} = \text{tdas} = 1,2,5\text{-thiadiazole-3,4dithiolate}$
- $L^{12} = S\text{-benzyl-}\beta\text{-}N\text{-(2-bromobenzylidene)-dithiocarbazate}$
- $L^{13} = \text{H}_5\text{ccdp} = N,N'\text{-Bis}[2\text{carboxybenzomethyl}]\text{-}N,N'\text{-Bis}[\text{carboxymethyl}]\text{-1,3-diaminopropan-2ol}$
- $L^{14} = 2\text{-(2,6-}i\text{Pr}_2\text{C}_6\text{H}_3\text{NC(H)C}_6\text{H}_4\text{-NC}_9\text{H}_6\text{N)}$
- $L^{15} = \text{salisilatdehid-N(4)-metiltiosemikarbazone}$
- $L^{16} = \text{benzil bis(5-amino-1,3,4-thiadiazole-2-thiol)}$
- $L^{17} = S\text{-benzyl-}\beta\text{-}N\text{-(2-bromobenzylidene)}$
- $L^{18} = \text{bis(8-amidoquinoline)}$
- $L^{19} = 6,15\text{-dimethyl-8,17-diphenyl 7,16dihydrodibenzo}[b,i]^{1.4.8.11}[\text{tetraazacyclotetradecine}]$
- $L^{20} = (E)\text{-5-(pyridin-4-yl)-4-((thiophen-2-ylmethylene)amino)-4H-1,2,4triazole-3-thiol}$
- $L^{21} = 2\text{-(4-trifluoropyridin-2-yl)-benzoxazole}$
- $L^{22} = \text{asp-o-OHnaph} = (S,E)\text{-2-((2OHnaphthalene-1-yl)methylene)aspartic acid}$
- $L^{23} = 2,2\text{-bipyridine}$
- $L^{24} = \text{OAc} = \text{ortho-vanillin dan 2-mercaptoethylamine}$

L^{25} = hydantoin
 L^{26} = (Phth)(Me₄en) = phthalic acid
 L^{27} = picolinamide
 L^{28} = *bis[4-hydroxyacetophenonesemicarbazone nitrato]*
 L^{29} = H_2L = *3-methoxy-N-salicylidine-o-amino phenol*
 L^{30} = *2, 5-diamino-1,3, 4-tiadiazole*
 L^{32} = azodye
 L^{33} = *4-methoxybenzaldehyde dan 1,2-bis (p-Aminophenoxy) ethane*
 L^{35} = *4-[{3-(4-bromophenyl)-1-phenyl-1H-pyrazol-4ylmethylene}-amino]-3-mercapto-6-methyl-5-oxo-1,2,4triazine*
 L^{36} = BpyeTsc = Thiosemicarbazone
 L^{37} = *1-benzothiazol-2-yl-5-(2-hydroxyphenyl)-3methyl-1H-pyrazole-4-carboxylic acid methyl ester*
 L^{38} = *4-(2,3-dimethyl-1-phenylpyrazol-5-one azo)-3-aminophenol*
 L^{39} = *(S,E)-2-(2,5-diOHbenzilydene)aspartic acid*
 L^{40} = SPR = Sulpiride
 L^{41} = pMA = *p-methylaniline*
 L^{42} = *(difl-O)₂(Hpko-N,N')*
 L^{43} = *Dibromo-[(2-pyridyl-2-thiophenemethyl)imine]*
 L^{44} = Hapytt = *4-amino-5-(pyridin-3-yl)-4,5-dihydro-3H1,2,4-triazole-3-thione*
 L^{45} = *2-(3,4-dimethoxyphenyl) ethanamine with 2-hydroxy benzaldehyde*
 L^{46} = hydrazine
 L^{47} = *2'-hydroxy acetophenone*
 L^{48} = Glycine